

## ⑫ 公開特許公報(A) 平1-167231

⑬ Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	⑭ 公開 平成1年(1989)6月30日
C 01 G 33/00		A-7202-4G	
G 02 B 5/12		N-8708-2H	
		M-8708-2H	
H 01 B 3/00		F-8623-5E	
H 01 L 41/18	1 0 1	B-7342-5F	審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 配向性結晶膜

⑯ 特 願 昭62-326295

⑰ 出 願 昭62(1987)12月22日

⑱ 発 明 者 増 尾 翼 京都府長岡京市天神2丁目26番10号 株式会社村田製作所 内

⑲ 出 願 人 株式会社村田製作所 京都府長岡京市天神2丁目26番10号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

配向性結晶膜

## 2. 特許請求の範囲

(1) 結晶性の五酸化ニオブからなる誘電体薄膜であって、

該誘電体薄膜にBaとNaが添加されていることを特徴とする配向性結晶膜。

(2) 前記誘電体薄膜に添加されるBa、Naはそれぞれ2-26原子%、0.1-1.5原子%である特許請求の範囲第(1)項に記載の配向性結晶膜。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は五酸化ニオブからなる配向性結晶膜に関するものである。

(従来の技術)

五酸化ニオブからなる配向性結晶膜は屈折率が高く、可視領域での光の透過性が良好で光導波路として有用である。

また、この配向性結晶膜に圧電性を付与するこ

とにより、光スイッチなどの光集積回路への応用も期待されている。

(従来技術の問題)

この五酸化ニオブからなる薄膜を形成するには、一般的にスパッタリング法や真空蒸着法で形成されるが、これらの方法で形成された薄膜はアモルファス状態またはランダム配向した微結晶の集合体となり、配向した結晶膜として形成するのが困難であった。

また、五酸化ニオブは酸素を解離しやすく、耐熱性に劣るという性質があり、またレーザー照射に対して劣化しやすいという問題があった。

発明者の実験確認では、 $Nb_2O_5$ 単体での組成のスパッタリング膜は多結晶体のセラミツクにくらべて配向するが、完全に配向することはなかった。また、 $Nb_2O_5$ にNaを添加したものについては配向させることが困難であり、 $NaNbO_3$ からなる組成では良質な配向膜は得られなかった。さらに、 $Nb_2O_5$ にBaを添加したものについても配向させることが困難であった。

## (この発明の目的)

この発明は、五酸化ニオブに添加物を加えることにより、配向性が良好な配向性結晶膜を提供することを目的とする。

## (発明の構成)

この発明は、結晶性の五酸化ニオブからなる誘電体薄膜であって、

該誘電体薄膜にBaとNaが添加されていることを特徴とするものである。

この誘電体薄膜に添加されるBa、Naはそれぞれ2-26原子%、0.1-1.5原子%の範囲で加えられる。

ここで、誘電体薄膜に添加されるBa、Naはそれぞれの範囲で加えられるが、この範囲に限定したのは、Baが2原子%未満で、Naが0.1原子%未満では配向させるという効果が現れず、一方、Baが26原子%を超え、Naが1.5原子%を超えると、タングスタンプロンズ型の結晶となり、配向させることが困難になるからである。

また、この配向性結晶膜が形成される基板としては、単結晶、結晶化ガラス、ステンレス、エリ

- 3 -

次に、このターゲットを用い、RFスパッタリング装置で薄膜の形成を行なった。

薄膜の形成条件は下表に示す通りであった。

雰囲気ガス	Ar + O <sub>2</sub>
流量(cc/分)	5.0(Ar):5.0(O <sub>2</sub> )
スパッタリング中の圧	5×10 <sup>-3</sup> Torr
高周波印加電圧	400W
基板温度	500℃
基板とターゲット間距離	60mm
成膜速度	1.0μm/時間

基板としてシリコンからなる単結晶を用い、膜厚1.5μmの五酸化ニオブからなる薄膜を得た。なお、薄膜の結晶化は基板温度が500℃を超えることが確認され、基板温度をもっと高くすることにより、さらに配向するものとなるが、今回の実施例では薄膜形成ののち、800℃、30分間熱処理をし、配向性の良好な結晶膜を得た。

第1図は上記した工程で得られた五酸化ニオブからなる薄膜のCu Kα線によるX線回折分析図であり、(050)のピークが鮮明に現れており、良好な

- 5 -

ンバなどの恒弾性鋼などが用いられる。

## (実施例)

以下に、この発明を実施例にしたがって説明する。

この発明にかかる配向性結晶膜の形成方法としては、スパッタリング法、真空蒸着法、イオンレーティング法、イオンクラスター法、CVD法などがあるが、この実施例ではスパッタリング法で形成した例にしたがって説明する。

## 実施例1.

膜の形成に先立ち、まずターゲットの作成を行なった。

Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を主成分に対し、これにNaCO<sub>3</sub>をNaに換算して0.36原子%、BaCO<sub>3</sub>をBaに換算して4.8原子%加え、これらの原料を混合した。この混合原料を1250℃、24時間の条件で仮焼した。この仮焼原料を粉砕し、圧力1ton/cm<sup>2</sup>で成形し、大きさが直径100mm、厚み7mmの円板とした。この円板を1350℃で4時間焼成し、ターゲットを作成した。なお、得られたターゲットの焼結体の比重は4.24であった。

- 4 -

配向性の結晶膜が得られている。

一方、第2図はNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>からなる粉体をターゲットとし、その他は同じ条件で形成した五酸化ニオブからなる薄膜のX線回折分析図であり、この図から明らかなようにランダム配向しており、良好な配向を示すものは得られていない。

また、この発明により得られた配向性結晶膜について、屈折率をプリズムカップラ法(メトリコン社製PC2000)により測定したところ、屈折率は2.38~2.41であり、高屈折率を示し、光導波路として十分に利用できることが判明した。

さらに、インピーダンスアナライザ(YHP4194A)で誘電体損失(tanδ)、誘電率(ε)を測定したところ、測定周波数100KHzで、tanδ=0.21%、ε=34であった。

## 実施例2.

五酸化ニオブに対するBaとNaの添加量を種々変換させ、Cu Kα線によるX線回折パターンにおいて2θが20°から80°までの間で現われるすべてのピーク値の和に対する主配向軸(050)の割合で

- 6 -

配向度を第1表に示した。

なお、ターゲットの作成、およびスパッタリング法による薄膜の作成については実施例1と同様に行なった。また、第1表中\*印のものはこの発明範囲外のものである。

第 1 表

試料 番号	添加物 (原子%)		配向度 (%)
	Ba	Na	
1*	0	0.36	24.7
2*	4.8	0	25.6
3	2.2	0.11	48.2
4	3.2	0.36	82.6
5	4.8	0.36	100.0
6	6.3	0.53	80.8
7	10.5	0.78	52.6
8*	26.4	1.65	31.7
9*	30.0	1.80	26.2

以上の実施例から明らかなように、五酸化ニオブにNaとBaを共存させた薄膜は良好な配向性を示しており、光導波路としての利用が可能である。

- 7 -

また、この発明によればステンレス、恒弾性鋼、結晶化ガラスといった多結晶体の上に形成できるものであり、工業的な利用価値の高いものである。さらに、この発明によればスパッタリング法のみならず、そのほかの薄膜形成技術である真空蒸着法、イオンプレーティング法、イオンクラスター法、CVD法などで薄膜形成ができる点でも有用である。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の実施例で得られた五酸化ニオブからなる薄膜のX線回折分析図である。

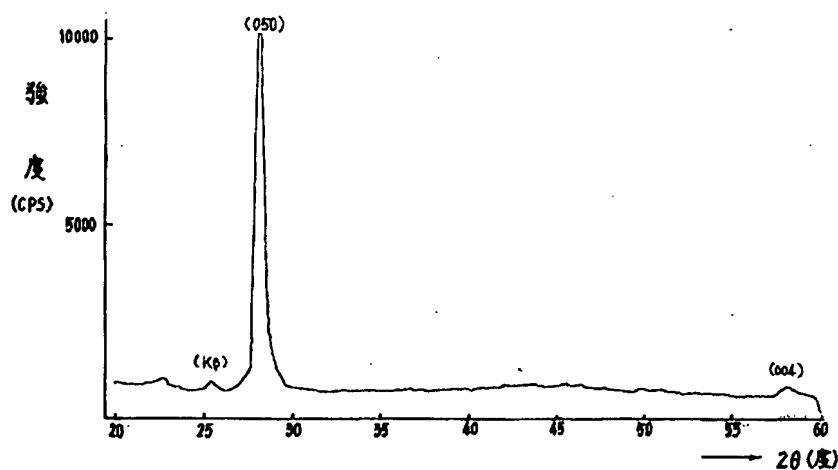
第2図は従来例にかかる五酸化ニオブからなる薄膜のX線回折分析図である。

特許出願人

株式会社 村田製作所

- 8 -

第 1 図



第 2 図

